



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年12月20日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-387772

[ST.10/C]:

[JP2001-387772]

出 願 人

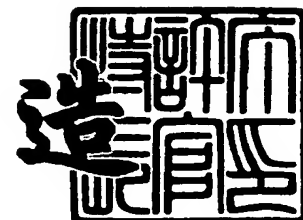
Applicant(s):

日本碍子株式会社

2002年 1月25日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3001783

【書類名】 特許願

【整理番号】 01P00675

【提出日】 平成13年12月20日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 H01L 21/205

【発明の名称】 エピタキシャル下地基板及びエピタキシャル基板

【請求項の数】 15

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

 【氏名】 柴田 智彦

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

 【氏名】 田中 光浩

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

 【氏名】 小田 修

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

 【氏名】 中村 幸則

【特許出願人】

 【識別番号】 000004064

 【氏名又は名称】 日本碍子株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100072051

 【弁理士】

【氏名又は名称】 杉村 興作

【選任した代理人】

【識別番号】 100059258

【弁理士】

【氏名又は名称】 杉村 暁秀

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2001- 5944

【出願日】 平成13年 1月15日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 074997

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703804

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 エピタキシャル下地基板及びエピタキシャル基板

【特許請求の範囲】

【請求項1】 単結晶材料からなる基板上と、この基板上に形成された、少なくともA1を含み、らせん転位密度が $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以下のIII族窒化物膜とを具えることを特徴とする、エピタキシャル下地基板。

【請求項2】 前記III族窒化物膜は、A1を50原子%以上含有することを特徴とする、請求項1に記載のエピタキシャル下地基板。

【請求項3】 前記III族窒化物膜は、AlNから構成されていることを特徴とする、請求項2に記載のエピタキシャル下地基板。

【請求項4】 前記III族窒化物膜は、MOCVD法により1100℃以上の温度で形成することを特徴とする、請求項1～3のいずれか一に記載のエピタキシャル下地基板。

【請求項5】 前記III族窒化物膜は、MOCVD法により1100℃～1250℃の温度で形成することを特徴とする、請求項4に記載のエピタキシャル下地基板。

【請求項6】 前記III族窒化物膜中のA1含有量が、その厚さ方向において前記基板側から外方に向かって連続的又はステップ状に減少していることを特徴とする、請求項1～5のいずれか一に記載のエピタキシャル下地基板。

【請求項7】 前記エピタキシャル下地基板の反り量が、50μm以下であることを特徴とする、請求項1～6のいずれか一に記載のエピタキシャル下地基板。

【請求項8】 単結晶材料からなる基板上と、この基板上に形成された、少なくともA1を含み、らせん転位密度が $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以下のIII族窒化物緩衝膜と、このIII族窒化物緩衝膜上に形成されたIII族窒化物下地膜とを具えることを特徴とする、エピタキシャル基板。

【請求項9】 前記III族窒化物緩衝膜は、A1を50原子%以上含有することを特徴とする、請求項8に記載のエピタキシャル基板。

【請求項10】 前記III族窒化物緩衝膜は、AlNから構成されていることを特徴とする、請求項8又は9に記載のエピタキシャル基板。

【請求項 1 1】前記III族窒化物緩衝膜は、MOCVD法により1100℃以上の温度で形成することを特徴とする、請求項 8～10 のいずれかーに記載のエピタキシャル基板。

【請求項 1 2】前記III族窒化物緩衝膜は、MOCVD法により1100℃～1250℃の温度で形成することを特徴とする、請求項 1 1 に記載のエピタキシャル基板。

【請求項 1 3】前記III族窒化物下地膜は、少なくともGaを含有することを特徴とする、請求項 8～12 のいずれかーに記載のエピタキシャル基板。

【請求項 1 4】前記III族窒化物緩衝膜中のAl含有量が、前記基板側から前記II族窒化物下地膜へ向かって連続的又はステップ状に減少していることを特徴とする、請求項 1 3 に記載のエピタキシャル基板。

【請求項 1 5】前記エピタキシャル基板の反り量が、50μm以下であることを特徴とする、請求項 8～14 のいずれかーに記載のエピタキシャル基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、エピタキシャル下地基板及びエピタキシャル基板に関し、詳しくは複数のIII族窒化物膜から構成される半導体発光素子などの基板として好適に用いることのできる、エピタキシャル基板及びこのエピタキシャル基板を形成する際の下地基材として用いることのできる、エピタキシャル下地基板に関する。

【0002】

【従来の技術】III族窒化物膜は、発光ダイオード素子などを構成する半導体膜として用いられており、近年においては、携帯電話などに用いられる高速ICチップなどを構成する半導体膜としても注目を浴びている。

【0003】上記のような素子を構成するIII族窒化物膜は、単結晶材料からなる基板の上に、III族窒化物からなる緩衝膜を形成した後、この緩衝膜上に同じくII族窒化物膜からなる下地膜を形成する。そして、この下地膜上に目的とする機能を有する各種III族窒化物膜を形成して、所望する半導体素子を作製する。したがって、通常は、前記基板、前記緩衝膜、及び前記下地膜を一体と見なし、こ

れをエピタキシャル基板と呼んでいる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】前記緩衝膜及び前記下地膜を含めた各種III族窒化物膜は、通常MOCVD法によって形成されるが、MOCVD法によって上記エピタキシャル基板を作製すると、この基板の反りが増大してしまう場合があった。そして、この傾向は前記緩衝膜をAlを含むIII族窒化物、特にAlNから構成した場合において、特に顕著になっていた。

【0005】実際、AlN膜を緩衝膜として用いた場合には、前記基板の反り量が70 μ mにまで達し、後に各種半導体膜を形成して所定の構造の半導体素子を提供する際の、フォトリソグラフィ工程などを正確に実施することができずに、半導体素子の製造歩留りを悪化させる原因となっていた。

【0006】本発明は、反り量が抑制された新規なエピタキシャル基板を得るための、エピタキシャル下地基板を提供するとともに、このエピタキシャル下地基板を利用して得たエピタキシャル基板を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成すべく、本発明は、単結晶材料からなる基板上と、この基板上に形成された、少なくともAlを含み、らせん転位密度が $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以下のIII族窒化物膜とを具えることを特徴とする、エピタキシャル下地基板に関する。

【0008】また、本発明は、単結晶材料からなる基板上と、この基板上に形成された、少なくともAlを含み、らせん転位密度が $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以下のII族窒化物緩衝膜と、このIII族窒化物緩衝膜上に形成されたIII族窒化物下地膜とを具えることを特徴とする、エピタキシャル基板に関する。

【0009】本発明者らは、MOCVD法によってエピタキシャル基板を作製する際において、反り量が増大する原因を探るべく鋭意検討を実施した。その結果、以下の事実を発見するに至った。

【0010】従来、エピタキシャル基板を構成する緩衝膜は、基板と下地膜との格子定数差を緩和し、その緩衝効果を助長させるために、一般には500～700℃の低い温度において、低結晶性の下に形成される。したがって、前記緩衝膜

中には、 $10^9 / \text{cm}^2$ 以上の密度で転位が存在する。

【0011】これに対して本発明者らは、前記緩衝膜がAlを含む窒化物膜から構成される場合においては、膜中の転位を低減させて、その結晶性のある程度高くし、この緩衝膜上に所定のIII族窒化物膜を形成した場合、驚くべきことに、これらのIII族窒化物膜及び基板を含む多層構造全体の反り量が著しく低減されることを見出した。

【0012】さらに、Alを含むIII族窒化物膜を緩衝膜として用いた場合、上述のようにその結晶性のある程度向上させても、従来の常識に反してその緩衝効果が失われないことを見出した。

【0013】本発明は、上述したように、従来の常識を打破する本発明者らの卓越した着眼に基づいてなされたものである。

【0014】本発明のエピタキシャル下地基板、及びこの下地基板を用いた本発明のエピタキシャル基板によれば、基板及びIII族窒化物膜を含んだ多層構造全体の反りを、従来に比し極めて低減することができる。したがって、この窒化物膜を下地膜として、この窒化物膜上に種々のIII族窒化物膜を形成した場合においても、例えば、これらの膜を含んだ多層構造全体の反り量を $50 \mu\text{m}$ 以下にすることができる。

【0015】このため、これらのIII族窒化物膜から半導体素子を作製する際の、フォトリソグラフィ工程などにおいて、前記多層構造基板の取り付けなどを正確に行うことができ、その結果、前記フォトリソグラフィなどを極めて高精度に行うことができる。したがって、このような半導体素子の製造歩留りを飛躍的に向上させることができる。

【0016】なお、本発明でいう反り量とは、図1に示すように、エピタキシャル基板全体が凸あるいは凹状に反っている場合は、その反り幅を意味し、図2に示すように、エピタキシャル基板の全体が波形に反っている場合は、その最大反り幅を意味するものである。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明を発明の実施の形態に即して詳細に説明する。

図 1 は、本発明のエピタキシャル基板の一例を示す側面図である。

【0018】図 1 に示すエピタキシャル基板 10 は、単結晶材料からなる基板 1 と、この基板 1 上に形成された Al を含む III 族窒化物緩衝膜 2 と、この III 族窒化物緩衝膜 2 上に形成された III 族窒化物下地膜 3 とを具えている。なお、基板 1 及び III 族窒化物緩衝膜 2 によって、エピタキシャル下地基板が構成される。

【0019】基板 1 は、サファイア単結晶、ZnO 単結晶、LiAlO₂ 単結晶、LiGaO₂ 単結晶、MgAl₂O₄ 単結晶、MgO 単結晶などの酸化物単結晶、Si 単結晶、SiC 単結晶などの IV 族あるいは IV-IV 族単結晶、GaAs 単結晶、AlN 単結晶、GaN 単結晶、及び AlGaIn 単結晶などの III-V 族単結晶、ZrB₂ などのホウ化物単結晶などの公知の基板材料から構成することができる。

【0020】III 族窒化物緩衝膜 2 は、らせん転位密度が $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以下であることが必要であり、好ましくは $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$ 以下、さらに好ましくは $1 \times 10^6 / \text{cm}^2$ 以下である。III 族窒化物緩衝膜 2 中の転位密度を上記のように低減させることによって、上述したように、エピタキシャル基板 10 に対して緩衝効果と反り抑制効果とを付与することができる。この結果、エピタキシャル基板 10 上において、各種 III 族窒化物膜を形成した場合においても、全体の反り量を抑制することができる。

【0021】らせん転位密度は、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用い、 $g = [001]$ の暗視野像観察という操作を施すことによって観察及び測定することができる。

【0022】また、III 族窒化物緩衝膜 2 は、好ましくは Al を 50 原子%以上含み、さらには AlN から構成されていることが好ましい。このように III 族窒化物緩衝膜中の Al 含有量が増大することによって、高結晶化の効果が助長され、緩衝効果と反り抑制効果とを増大させることができる。

【0023】さらに、III 族窒化物緩衝膜 2 は、Al 以外の III 族元素、例えば Ga、In を含むことができる。さらに、必要に応じて Ge、Si、Mg、Zn、Be、P 及び B などの添加元素を含有することもできる。また、意識的に添加した元素に限らず、成膜条件、原料、及び反応管材質に含まれる微量不純物 O 又は

Cを含むこともできる。

【0024】上述した高結晶性のIII族窒化物緩衝膜2は、A1供給原料としてトリメチルアルミニウム（TMA）又はトリエチルアルミニウム（TEA）などを用い、窒素供給原料としてアンモニアなどを用いて、MOCVD法により基板1上に形成する。また、厚膜化する際には、金属A1を塩化水素系ガスを用いて輸送するHVPE法を組み合わせることもできる。

【0025】そして、V族供給原料とIII族供給原料との流量比、さらにはこれら供給原料の絶対的な供給量、基板温度、成膜圧力、ガス流速、ガス種、及び成膜速度などを適宜に調節することによって、上述したような低転位密度のIII族窒化物緩衝膜2を得ることができる。

【0026】しかしながら、基板温度を適宜に調節して、その形成温度を1100℃以上、好ましくは1100～1250℃に設定することによって、その他の成膜条件を広範囲に設定しても、上述したような低転位密度のIII族窒化物緩衝膜2を簡易に得ることができる。

【0027】これは、上述したバッファ層を形成する際の温度500～700℃と比べると、はるかに高い温度である。

【0028】なお、III族窒化物緩衝膜2中にGa又はInなどを含有させる場合については、トリメチルガリウム（TMG）又はトリメチルインジウム（TMI）などのGa又はIn供給原料を用い、その所定量を上記TMA及びアンモニアガスなどとともに基板1上に供給し、目的とする組成のIII族窒化物緩衝膜2を作製する。

【0029】III族窒化物緩衝膜2の厚さは、基板1及びIII族窒化物下地膜3の種類、並びに作製条件などによって異なる。半導体素子からの発熱の放出を促進させる観点からは厚い方が好ましく、成膜コストなどの観点からは薄い方が好ましい。一般には0.1～100μmである。

【0030】同様に、III族窒化物下地膜3の厚さも作製条件や目的とする素子の構造などに依存して決定されるが、一般には0.1～100μmである。

【0031】III族窒化物下地膜3は、III族窒化物緩衝膜2上にMOCVD法によりエピタキシャル成長させて形成する。このIII族窒化物下地膜3は、例えば

、Gaを含む窒化物膜を積層させて発光素子などを作製する場合においては、同様にGaを含有していることが好ましい。しかしながら、Al及びIn、さらには、上述したBなどの添加元素を含有することもできる。

【0032】III族窒化物下地膜3がGaを含有する場合において、このGa含有量が増大し、III族窒化物緩衝膜2のAl含有量が増大する場合においては、両者の格子定数差が極めて大きくなってしまう。そして、特にIII族窒化物緩衝膜2の厚さが増大すると、前記格子定数差に起因してエピタキシャル基板10の反り量が増大する、あるいはIII族窒化物下地膜3にクラックが生成してしまう場合がある。

【0033】したがって、この場合においては、III族窒化物緩衝膜2中のAl含有量はその厚さ方向において、連続的又はステップ状に傾斜していることが好ましい。具体的には、Al含有量が基板1からIII族窒化物下地膜3に向かって連続的又はステップ状に減少するようにする。これによって、III族窒化物緩衝膜2とIII族窒化物下地膜3との界面における格子定数差が減少するために、格子定数差に起因したクラックの発生を効果的に防止することができる。

【0034】本発明のエピタキシャル基板10は、上述したようなIII族窒化物緩衝膜2及びIII族窒化物下地膜3を具えることにより、その反り量を $50\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $30\mu\text{m}$ 以下とすることができる。

【0035】これによって、エピタキシャル基板10上に種々の窒化物膜を形成し、所定の多層構造基板を作製した際においても、高精度の作業性が要求されるフォトリソグラフィ工程などを正確に実施することができる。この結果、最終的に得られる半導体素子の製造歩留りを向上させることができる。

【0036】なお、反り量は触針式あるいは光学式の形状測定器などによって測定することができる。

【0037】

【実施例】

(実施例)

基板としてc面サファイア基板を用い、これを反応管内に設置されたサセプタ上に載置した後、吸引固定した。Al供給原料としてTMAを用い、N供給原料

としてアンモニアガスを用いた。そして、アンモニアガスからなるV族供給原料と、TMAからなるIII族供給原料との比（V／III比）が450、圧力が15 Torrとなるようにして前記反応管内に導入するとともに、前記基板上に供給した。このとき前記基板を1200℃まで加熱し、緩衝膜としてのAlN膜を厚さ1 μmに形成した。

【0038】なお、（0002）面のX線ロックアップカーブの測定を行なったところ半値幅は60秒であり、極めて結晶性に優れることが判明した。また、表面平坦性（Ra）を評価したところ2 Åであり、表面平坦性にも優れる膜であることが判明した。さらに、このAlN膜のらせん転位密度をTEMによって観察したところ、 $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$ であることが判明した。

【0039】その後、反応圧力を大気圧とし、前記基板の温度を1050℃にするとともに、前記TMA及び前記アンモニアガスに加えて、TMGを（V／III比）が、1000となるようにして前記反応管内に導入するとともに、前記基板上に供給して、厚さ3 μmの $\text{Al}_{0.8}\text{Ga}_{0.2}\text{N}$ 膜を下地膜として形成した。

【0040】このようにして作製したエピタキシャル基板の反り量を形状測定器によって測定したところ、15 μmであった。

【0041】（比較例）

上記実施例において、AlN膜の形成温度を1150℃から700℃にし、（V／III比）を1000、圧力を760 Torrとなるようにして前記反応管内に導入して厚さ0.03 μmに形成した以外は、実施例と同様にしてエピタキシャル基板を作製した。

【0042】AlN膜のらせん転位密度は $1 \times 10^9 / \text{cm}^2$ 秒であり、作製されたエピタキシャル基板の反り量は60 μmであった。

【0043】以上、実施例及び比較例から明らかなように、本発明にしたがって低転位密度のAlN膜を緩衝膜として設けたエピタキシャル基板は、反り量を50 μm以下にまで抑制することができ、各種半導体素子のエピタキシャル基板として好適に用いられることが分かる。

【0044】以上、具体例を挙げながら、発明の実施の形態に基づいて本発明を

詳細に説明してきたが、本発明は上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない範囲であらゆる変更や変形が可能である。例えば、前述したような緩衝膜を形成する以前に、基板の主面に対して窒化処理を施すこともできる。また、緩衝膜と下地膜との成膜を異なるCVD装置を用いて実施することもできる。

【0045】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明によれば、反り量が抑制されたエピタキシャル基板を提供することができるとともに、このようなエピタキシャル基板を作製する際の、エピタキシャル下地基板を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のエピタキシャル基板における反り量を定義づけるための説明図である。

【図2】 同じく、本発明のエピタキシャル基板における反り量を定義づけるための説明図である。

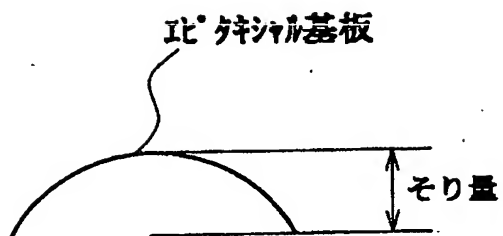
【図3】 本発明のエピタキシャル基板の一例を示す側面図である。

【符号の説明】

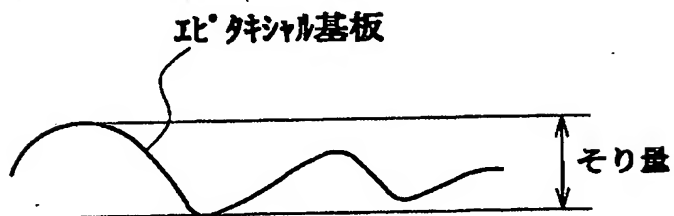
1 基板、2 III族窒化物緩衝膜、3 III族窒化物下地膜、10 エピタキシャル基板

【書類名】 図面

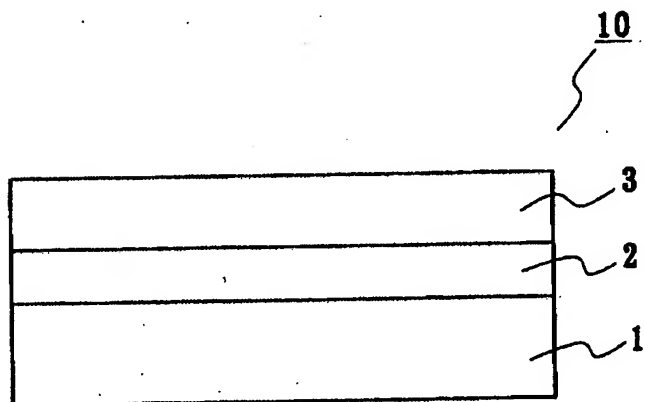
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 反り量が抑制された新規なエピタキシャル基板を得るための、エピタキシャル下地基板を提供するとともに、このエピタキシャル下地基板を利用して得たエピタキシャル基板を提供する。

【解決手段】 サファイア基板などから構成される基板 1 上に、らせん転位密度が $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以下の、少なくとも Al を含有する III 族窒化物緩衝膜 2 を形成する。次いで、この III 族窒化物緩衝膜 2 上に、III 族窒化物下地膜 3 を形成する。

【選択図】 図 3

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 1 - 3 8 7 7 7 2
受付番号	5 0 1 0 1 8 7 0 5 0 0
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 3 年 1 2 月 2 6 日

< 認定情報・付加情報 >

【特許出願人】

【識別番号】	000004064
【住所又は居所】	愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番 5 6 号
【氏名又は名称】	日本碍子株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100072051
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関 3 - 2 - 4 霞山ビル 7 階
【氏名又は名称】	杉村 興作

【選任した代理人】

【識別番号】	100059258
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関 3 - 2 - 4 霞山ビル 7 階
【氏名又は名称】	杉村 暁秀

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004064]

1. 変更年月日 1990年 8月24日
[変更理由] 新規登録
住 所 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
氏 名 日本碍子株式会社